

## AQUEOUS LAPPING SOLUTION AND AQUEOUS LAPPING AGENT

**Patent number:** JP2003082336  
**Publication date:** 2003-03-19  
**Inventor:** KAWAMATA TAIGA; HORINOUCHE MASATOSHI  
**Applicant:** ASAHI DENKA KOGYO KK  
**Classification:**  
- **International:** C09K3/14; B24B37/00; B24B57/02; C10M101/02;  
C10M105/18; C10M105/62; C10M107/34; C10M107/44;  
C10M125/02; C10M125/08; C10M125/10; C10M125/26;  
C10M133/08; C10M149/12; C10M173/00; H01L21/304;  
C10N10/06; C10N10/08; C10N10/12; C10N10/16;  
C10N20/06; C10N30/04; C10N30/12; C10N40/00;  
C10N40/22  
- **European:**  
**Application number:** JP20010276045 20010912  
**Priority number(s):** JP20010276045 20010912

Report a data error here

### Abstract of JP2003082336

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a lapping solution and a lapping agent having no bad influence on grinding performance, excellent in dispersion stability of an abrasive grain and redispersibility of the precipitated and agglutinated abrasive grain as well as without bad influence on the environment. **SOLUTION:** An aqueous lapping solution contains: (A) an abrasive grain dispersant consisting of a mixture of any one or more nitrogen-containing compounds having a specific structure as a component; (B) a lubricating base oil as a component; and (C) water as a component, and an aqueous lapping agent is made to contain the abrasive grain in the lapping solution.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-82336  
(P2003-82336A)

(43)公開日 平成15年3月19日(2003.3.19)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z 3 C 0 4 7
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H 3 C 0 5 8
57/02		57/02	4 H 1 0 4
C 1 0 M 101/02		C 1 0 M 101/02	
105/18		105/18	
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 15 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2001-276045(P2001-276045)

(22)出願日 平成13年9月12日(2001.9.12)

(71)出願人 000000387

旭電化工業株式会社

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号

(72)発明者 川俣 大雅

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電  
化工業株式会社内

(72)発明者 堀之内 雅敏

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電  
化工業株式会社内

(74)代理人 100077698

弁理士 吉田 勝広 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水系ラップ液及び水系ラップ剤

(57)【要約】

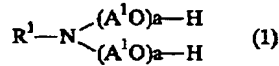
【課題】 研磨性能に悪影響を与えず、砥粒の分散安定性及び沈降凝集した砥粒の再分散性に優れ、しかも環境に対する悪影響がないラップ液及びラップ剤を提供すること。

【解決手段】 (A)成分として特定の構造を有する含窒素化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物からなる砥粒分散剤；(B)成分として潤滑性基油；及び

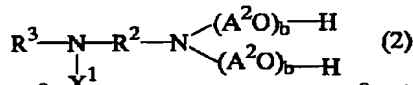
(C)成分として水、を含有することを特徴とする水系ラップ液、及び該ラップ液に砥粒を含有させた水系ラップ剤である。

【特許請求の範囲】

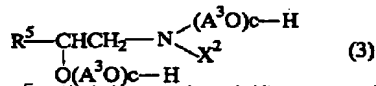
【請求項1】 (A) 成分として、下記の一般式 (1) ~ (4)



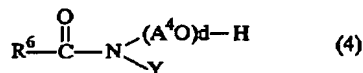
(式中、 $R^1$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $A^1O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $a$ は0又は1以上の数を表わす。)



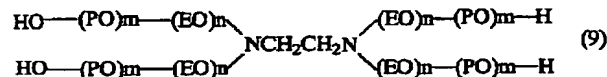
(式中、 $R^2$ はアルキレン基を表わし、 $R^3$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $X^1$ は $-(A^2O)_b-H$ で表わされる基、又は $-R^4-N\{(A^2O)_b-H\}_2$ で表わされる基を表わし、 $A^2O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $b$ は0又は1以上の数を表わし、 $R^4$ はアルキレン基を表わす。)



(式中、 $R^5$ は炭素数2以上の直鎖アルキル基を表わし、 $X^2$ はアルキル基、アルケニル基、又は $-(A^3O)_c-H$ で表わされる基を表わし、 $A^3O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $c$ は0又は1以上の数を表わす。)



(式中、 $R^6$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $A^4O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $Y$ は水素原子又はメチル基を表わし、 $d$ は2以上の数



(式中、 $EO$ 及び $PO$ は一般式 (6) と同義であり、 $m$ 及び $n$ は1以上の数を表わす。) で表わされるポリエーテル化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物である請求項1又は請求項3に記載の水系ラップ液。

【請求項5】 更に、(D) 成分として防錆剤を含有する請求項1乃至4の何れか1項に記載の水系ラップ液。

【請求項6】 請求項1乃至5の何れか1項に記載の水性ラップ液又はその希釈液に、更に砥粒を含有することを特徴とする水系ラップ剤。

【請求項7】 請求項1乃至6の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して被研磨材料を研磨する研磨加工方法。

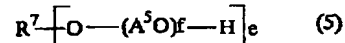
【請求項8】 請求項1乃至7の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して半導体を研磨加工する研磨加工方法。

【請求項9】 請求項1乃至6の何れか1項に記載の水

表わす。) で表わされる含窒素化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物からなる砥粒分散剤；(B) 成分として、潤滑性基油；及び(C) 成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液。

【請求項2】 (B) 成分である潤滑性基油が、パラフィン系又はナフテン系の鉱油である請求項1に記載の水系ラップ液。

【請求項3】 (B) 成分である潤滑性基油が、一般式 (5)

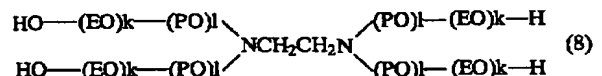


(式中、 $R^7$ はモノオール又はポリオールから水酸基を除いた残基を表わし、 $A^5O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $f$ は2以上の数を表わし、 $e$ はモノオール又はポリオールの水酸基の数と同数である1以上の数を表わす。) で表わされるポリエーテル化合物である請求項1に記載の水系ラップ液。

【請求項4】 (B) 成分である潤滑性基油が、下記の一般式 (6) ~ (9)

(式中、 $EO$ はオキシエーテル基を表わし、 $PO$ はオキシプロピレン基を表わし、 $g$ 及び $h$ は1以上の数を表わす。)

(式中、 $EO$ 及び $PO$ は一般式 (6) と同義であり、 $i$ 及び $j$ は1以上の数を表わす。)



(式中、 $EO$ 及び $PO$ は一般式 (6) と同義であり、 $k$ 及び $l$ は1以上の数を表わす。)

系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して被切断材料を切断する切断加工方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体、セラミックス、水晶、ガラス、超硬工具等の脆性材料を切断加工又は研磨加工するために用いられる水系ラップ液、及びこれに砥粒を分散させた水系ラップ剤に関する。

【0002】

【従来の技術】 砥粒を分散させたスラリー状の加工剤を、被加工物と工具の間に入れ両者に圧力を加えながら相対運動をすることにより、被加工物の切断や表面研磨を行なう加工方法がある。このような加工方法は、主に、剪断変形では加工できない脆性材料、例えば、半導体、水晶、ガラス、超硬工具等の加工に用いられている。こうした加工で用いられる、砥粒を分散させた加工

液をラップ剤と呼ぶ。

【0003】このような加工方法では、砥粒は、あらかじめ液に分散された形態で使用者に供給されることもあるが、輸送、及び貯蔵場所等の問題から、使用者が作業現場において、濃厚な加工液を必要に応じて水等で希釈した後、砥粒を分散させて用いられることが多い。本発明では、砥粒を分散させる前の濃厚な加工液をラップ液、このラップ液を必要に応じて水等で希釈した後、砥粒を分散させたものをラップ剤と呼ぶ。ラップ剤を用いた研磨加工をラッピングと言うが、砥粒としてコロイダルシリカ等の微粒子からなる研磨剤を用いた精密研磨加工を、特にポリッシングと呼ぶ場合がある。

【0004】ラップ剤は通常、水、鉱油、合成油、油脂等の液体に微細粉末状の砥粒を分散させたものであるが、加工精度を維持するためには、砥粒をラップ剤中に長時間安定に分散させることが必要である。砥粒の分散が不安定であると、砥粒の沈降や不均一分散が生じ、加工能率及び加工精度が著しく低下する。特に、水系のラップ剤においては、砥粒が沈降し易いため、ラップ剤における砥粒の分散安定化は大きな課題である。

【0005】砥粒の分散剤としては、従来、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物が使用されてきた。アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物は、砥粒分散性に優れた効果を示すが、難生分解性であるため、環境中へ放出された場合に長期間分解を受けず、環境を汚染する恐れがあった。また、近年ではノニルフェノールが生物に対し擬似ホルモン作用を発現し内分泌系を攪乱する作用があるのではないかといういわゆるエンドクリン問題の懸念もあり、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物についても代替品が模索されていた。

【0006】アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物を使用しない水系ラップ剤としては、特開平9-36074号公報では、プルロニック型又はPO/EORランダム型のポリエーテル系界面活性剤を砥粒分散剤としたラップ剤が提案されている。特開平10-204419号公報では、ポリアルキレングリコールの末端ジエーテルを砥粒分散剤としたラップ剤が提案されている。特開2000-63807号公報では、脂肪酸ジカルボン酸と、アルコールのエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルのエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー若しくは脂肪酸ジエタノールアミドとを含有するラップ剤が提案されている。特開2000-160142号公報では、多価アルコールの部分エステル若しくは部分エーテルとキレート化合物を含有するラップ剤が提案されている。特開2000-345145号公報では、炭素数6~24のポリオキシエチレンモノアルキル(又はアルケニル)エーテルを砥粒分散剤とするラップ

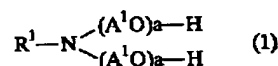
剤等が提案されている。

【0007】

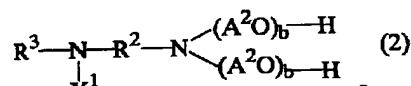
【発明が解決しようとする課題】しかしながらこれらのラップ剤は、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物を砥粒分散剤とするラップ剤と比較し、砥粒の分散性が不充分であるために砥粒が沈降し易く、また一度沈降した砥粒はハードケーキと呼ばれる固い沈殿となるために再分散が困難であった。また、従来のラップ剤では、沈降した砥粒同士が凝集して大粒径の2次凝集粒子となりやすく、沈降した砥粒を再分散させてそのまま用いた場合には、被加工物の表面に微細な傷が発生しやすいために、超音波分散機をかける等の方法により2次凝集粒子を分解しなければならないという欠点があった。

【0008】

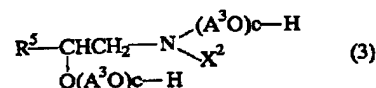
【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは鋭意検討し、特定の構造を有する砥粒分散剤が、研磨性能に悪影響を与えず、砥粒の分散安定性及び沈降凝集した砥粒の再分散性に優れ、しかも環境に対する悪影響がほとんど無いラップ剤が得られることを見だし本発明を完成させた。即ち、本発明は、(A)成分として、下記の一般式(1)~(4)



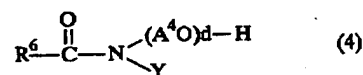
(式中、 $R^1$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $A^1O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $a$ は0又は1以上の数を表わす。)



(式中、 $R^2$ はアルキレン基を表わし、 $R^3$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $X^1$ は $-(A^2O)_b-H$ で表わされる基、又は $-R^4-N\{-(A^2O)_b-H\}_2$ で表わされる基を表わし、 $A^2O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $b$ は0又は1以上の数を表わし、 $R^4$ はアルキレン基を表わす。)



(式中、 $R^5$ は炭素数2以上の直鎖アルキル基を表わし、 $X^2$ はアルキル基、アルケニル基又は $-(A^3O)_c-H$ で表わされる基を表わし、 $A^3O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $c$ は0又は1以上の数を表わす。)



(式中、 $R^6$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わし、 $A^4O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $Y$ は水素原子又はメチル基を表わし、 $d$ は2以上の数を表わす。)で表わされる含窒素化合物の、何れか1種又

は2種以上の混合物からなる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基油；及び(C)成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液、及び該ラップ液に砥粒を含有させた水系ラップ剤である。また本発明は、これらのラップ液又はラップ剤を使用した加工方法である。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】まず、本発明の(A)成分について説明する。本発明の(A)成分は、一般式(1)～

(4)で表わされる含窒素化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物からなる砥粒分散剤である。一般式

(1)において、 $R^1$ は炭素数が4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わす。炭素数が4以上のアルキル基としては、例えば、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、エイコシル、ドコシル、テトラコシル、トリアコンチル等の直鎖アルキル基；2級ブチル、2級ペンチル、2級ヘキシル、2級ヘプチル、2級オクチル、2級ノニル、2級デシル、2級ウンデシル、2級ドデシル、2級トリデシル、2級テトラデシル、2級ヘキサデシル、2級ヘキサデシル等の2級アルキル基；イソブチル、ターシャリブチル、イソペンチル、ネオペンチル、ターシャリペンチル、イソヘキシル、イソオクチル、2-エチルヘキシル、イソノニル、イソデシル、イソウンデシル、イソトリデシル、イソステアシル、2-ブチルオクチル、2-ブチルデシル、2-ヘキシルオクチル、2-ヘキシルデシル、2-オクチルデシル、2-ヘキシルドデシル、2-オクチルドデシル、2-デシルテトラデシル、2-ドデシルヘキサデシル、2-ヘキサデシルオクタデシル、2-テトラデシルオクタデシル、モノメチル分枝-イソステアシル等の分岐アルキル基等が挙げられる。

【0010】炭素数が4以上のアルケニル基としては、例えば、ブテニル、イソブテニル、ペンテニル、イソペンテニル、ヘキセニル、ヘプテニル、オクテニル、ノネニル、デセニル、ウンデセニル、ドデセニル、テトラデセニル、オレイル等が挙げられる。炭素数が4以上であるこれらのアルキル基又はアルケニル基の中でも、炭素数9～18のアルキル基又はアルケニル基が好ましく、デシル、ウンデシル、ドデシル、イソデシル、イソトリデシル、オレイルが更に好ましい。

【0011】一般式(1)において、 $A^1O$ はオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、例えば、オキシエチレン、オキシプロピレン、オキシブチレン等が挙げられ、中でもオキシエチレンが好ましい。また、 $a$ は0又は1以上の数を表わし、1～20が好ましく、1～10が更に好ましく、1～5が最も好ましい。一般式(1)において、 $a$ が2以上の数である場合、 $(A^1O)_a$ は、1種のオキシアルキレン基からなるポ

リオキシアルキレン基でもよく、2種以上のオキシアルキレン基の混合からなる混合ポリオキシアルキレン基でもよい。 $(A^1O)_a$ が混合ポリオキシアルキレン基である場合は、そのうちの1種はオキシエチレンであることが好ましく、更に $(A^1O)_a$ で表わされる基の中のオキシエチレン基の含有量が50質量%以上であることが更に好ましい。尚、一般式(1)の中には $(A^1O)_a$ で表わされる基が2つあるが、これらは同一でも、それぞれ異なっているもよい。

【0012】一般式(1)において、 $a$ が1以上のものは、 $a$ が0のもの、即ち、N-アルキルアミン又はN-アルケニルアミンにアルキレンオキサイドを反応することにより製造することができる。このようなN-アルキルアミン又はN-アルケニルアミンとしては、例えば、ブチルアミン、イソブチルアミン、2級ブチルアミン、ターシャリブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、2-エチルヘキシルアミン、2級オクチルアミン、ノニルアミン、イソノニルアミン、デシルアミン、イソデシルアミン、ウンデシルアミン、イソウンデシルアミン、ドデシルアミン、トリデシルアミン、イソトリデシルアミン、テトラデシルアミン、ヘキサデシルアミン、オクタデシルアミン、エイコシルアミン、イソステアシルアミン、ブテニルアミン、ウンデセニルアミン、オレイルアミン、ヤシ油由来アルキルアミン、牛脂由来アルキルアミン、硬化牛脂由来アルキルアミン、大豆油由来アルキルアミン等を挙げることができる。また、アルキレンオキサイドとしては、例えば、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、テトラヒドロフラン(1,4-ブチレンオキサイド)等が挙げられる。アルキレンオキサイドを反応させるには、公知の方法を用いればよく、反応させるアルキレンオキサイドの種類に応じて、 $A^1O$ が決定される。

【0013】一般式(2)において、 $R^2$ はアルキレン基を表わす。アルキレン基としては、例えば、エチレン、プロピレン、ブチレン、ペンチレン、ヘキシレン、ヘプチレン、オクチレン、ノニレン等が挙げられる。これらのアルキレン基のなかでも、原料の入手のし易さから、 $X^1$ が $-(A^2O)_b-H$ で表わされる基である場合は、エチレン、プロピレン及びヘキシレンが好ましく、エチレン及びプロピレンが更に好ましく、プロピレンが最も好ましい。 $X^1$ が $-R^4-N\{-(A^2O)_b-H\}_2$ で表わされる基である場合は、モノアミンにアクリロニトリルを付加して製造する場合が多いのでプロピレンが好ましい。

【0014】一般式(2)において、 $R^3$ は一般式(1)における $R^1$ と同義であり、炭素数が4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わす。炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基の中でも、一般式(2)の $R^3$ としてはノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、

リデシル、オレイルが好ましく、デシル、ウンデシル、ドデシル、オレイルが更に好ましい。X<sup>1</sup>は、 $-(A^2O)_b-H$ で表わされる基、又は $-R^4-N\{-(A^2O)_b-H\}_2$ で表わされる基を表わし、R<sup>4</sup>はアルキレン基を表わす。アルキレン基としては、R<sup>2</sup>で挙げたアルキレン基を挙げることができる。R<sup>2</sup>とR<sup>4</sup>は同一でも、異なってもよい。

【0015】A<sup>2</sup>Oはオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、一般式(1)のA<sup>1</sup>Oで挙げたオキシアルキレン基が挙げられ、なかでも、オキシエチレンが好ましい。また、bは0又は1以上の数を表わし、0~15が好ましく、0~10が更に好ましく、1~8が最も好ましい。bが2以上の数である場合、(A<sup>2</sup>O)<sub>b</sub>は、1種のオキシアルキレン基からなるポリオキシアルキレン基でもよいし、2種以上のオキシアルキレン基の混合からなる混合ポリオキシアルキレン基でもよい。(A<sup>2</sup>O)<sub>b</sub>が混合ポリオキシアルキレン基である場合は、そのうちの1種はオキシエチレンであることが好ましく、さらに(A<sup>2</sup>O)<sub>b</sub>で表わされる基の中のオキシエチレン基の含有量が50質量%以上であることが更に好ましい。尚、一般式(2)の中には(A<sup>2</sup>O)<sub>b</sub>で表わされる基が3つ又は4つ存在するが、これらは同一でも、それぞれ異なってもよい。

【0016】一般式(2)において、bが1以上のものは、bが0のアミンにアルキレンオキサイドを反応させることにより製造することができる。このような、bが0であるアミンとしては、X<sup>1</sup>が $-(A^2O)_b-H$ で表わされる基の場合としては、例えば、N-ブチル-エチレンジアミン、N-オクチル-エチレンジアミン、N-(2-エチルヘキシル)-エチレンジアミン、N-ドデシル-エチレンジアミン、N-オクタデシル-エチレンジアミン等のN-アルキル(アルケニル)エチレンジアミン類；N-ブチル-1, 3-プロピレンジアミン、N-オクチル-1, 3-プロピレンジアミン、N-(2-エチルヘキシル)-1, 3-プロピレンジアミン、N-デシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-ドデシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-テトラデシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-ヘキサデシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-オクタデシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-エイコシル-1, 3-プロピレンジアミン、N-ヤシ油由来アルキル-1, 3-プロピレンジアミン、N-牛脂由来アルキル-1, 3-プロピレンジアミン等のN-アルキル(アルケニル)プロピレンジアミン類；N-ブチル-1, 6-ヘキシレンジアミン、N-オクチル-1, 6-ヘキシレンジアミン、N-(2-エチルヘキシル)-1, 6-ヘキシレンジアミン、N-ドデシル-1, 6-ヘキシレンジアミン、N-オクタデシル-1, 6-ヘキシレンジアミン等のN-アルキル(アルケニル)ヘキシレンジアミン類等が挙げら

れる。

【0017】X<sup>1</sup>が $-R^4-N\{-(A^2O)_b-H\}_2$ で表わされる基の場合としては、例えば、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ブチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)イソブチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)2級ブチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ターシャリブチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ペンチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ヘキシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)オクチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)-2-エチルヘキシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)2級オクチルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ノニルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)イソノニルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)デシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ドデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)トリデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)イソトリデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)テトラデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ヘキサデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)オクタデシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)エイコシルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)イソステアリアルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)フテニルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ウンデセニルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)オレイルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)ヤシ油由来アルキルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)牛脂由来アルキルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)硬化牛脂由来アルキルアミン、N, N-ビス(3-アミノプロピル)大豆油由来アルキルアミン等が挙げられる。

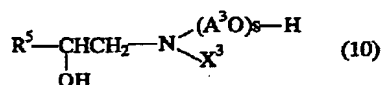
【0018】一般式(3)において、R<sup>5</sup>は炭素数2以上の直鎖アルキル基を表わす。このような直鎖アルキル基としては、エチル、プロピル、及び一般式(1)のR<sup>1</sup>で挙げた直鎖アルキル基が挙げられ、中でも、炭素数6~20の直鎖アルキル基が好ましく、炭素数8~18の直鎖アルキル基が更に好ましく、炭素数10~16の直鎖アルキル基が最も好ましい。X<sup>2</sup>はアルキル基、アルケニル基、又は $-(A^3O)_c-H$ で表わされる基を表わす。アルキル基又はアルケニル基としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ビニル、アリル、プロペニル、イソプロペニル、一般式(1)のR<sup>1</sup>で挙げたアルキル基及びアルケニル基等が挙げられる。このような、アルキル基又はアルケニル基の中でもメチル、エチル、プロピル、イソプロピルが好ましい。一般式(3)において、A<sup>3</sup>Oはオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、例えば、一般式

(1)で挙げたアルキレン基が挙げられ、中でもオキシエチレンが好ましい。また、cは0又は1以上の数を表

わし、0～20が好ましく、0～10が更に好ましく、1～7が最も好ましい。

【0019】cが2以上の数である場合、 $(A^3O)_c$ は、1種のアキラルキレン基からなるポリアキラルキレン基でもよいし、2種以上のアキラルキレン基の混合からなる混合ポリアキラルキレン基でもよい。 $(A^3O)_c$ が混合ポリアキラルキレン基である場合は、そのうちの1種はアキエチレンであることが好ましく、更に $(A^3O)_c$ で表わされる基の中のアキエチレン基の含有量が50質量%以上であることが更に好ましい。尚、一般式(3)の中には $(A^3O)_c$ で表わされる基が、2つ又は3つ存在するが、これらは同一でも、それぞれ異なっているもよい。

【0020】一般式(3)で表わされる化合物のうち、下記の一般式(10)



(式中、 $X^3$ はアルキル基、アルケニル基、又は $-(A^3O)_s-H$ で表わされる基を表わし、sは0又は1を表わし、 $R^5$ 及び $A^3O$ は一般式(3)と同義である。)で表わされる化合物は、下記の一般式(11)



(式中、 $R^5$ は一般式(3)と同義である。)で表わされる $\alpha$ -オレフィンオキサイドに、アンモニア、モノ若しくはジアルカノールアミン、N-アルキル(又はアルケニル)アミン又はN-アルケニル(又はアルケニル)アルカノールアミンを反応させることにより得ることができる。一般式(10)以外の一般式(3)で表わされる化合物は、一般式(10)で表わされる化合物に更にアルキレンオキサイドを反応させることにより得ることができる。このような $\alpha$ -オレフィンオキサイドとしては、例えば、1-ブテンオキサイド、1-ペンテンオキサイド、1-ヘキセンオキサイド、1-オクテンオキサイド、1-デセンオキサイド、1-ドデセンオキサイド、1-テトラデセンオキサイド、1-ヘキサデセンオキサイド、1-オクタデセンオキサイド、1-エイコセンオキサイド、1-ドコセンオキサイド、1-テトラコセンオキサイド、1-トリアコンテンオキサイド等が挙げられる。

【0021】モノアルカノールアミンとしては、例えば、エタノールアミン、イソプロパノールアミン、3-プロパノールアミン、2-エチルエタノールアミン、4-ブタノールアミン、6-ヘキサノールアミン等が挙げられる。ジアルカノールアミンとしては、例えば、ジエタノールアミン、N-ヒドロキシエチルイソプロパノールアミン、ジイソプロパノールアミン、ビス(3-プロパノール)アミン、ビス(2-エチルエタノール)アミ

ン、ビス(4-ブタノール)アミン等が挙げられる。

【0022】N-アルキル(又はアルケニル)アミンとしては、例えば、一般式(1)のaが0の場合に挙げたN-アルキル(又はアルケニル)アミン、メチルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、イソプロピルアミン等が挙げられる。N-アルケニル(又はアルケニル)アルカノールアミンとしては、例えば、上記N-アルキル(又はアルケニル)アミンの $-NH_2$ で表わされる基の水素原子のうち一方を、ヒドロキシエチル、ヒドロキシプロピル、2-ヒドロキシイソプロピル等のアルカノール基で置換したN-アルキル(又はアルケニル)アルカノールアミンを挙げることができる。

【0023】また、一般式(10)で表わされる化合物に反応させるアルキレンオキサイドとしては、例えば、一般式(1)で挙げたアルキレンオキサイド等が挙げられる。一般式(10)で表わされる化合物にアルキレンオキサイドを反応させる場合は、公知の方法により反応すればよい。

【0024】一般式(4)において、 $R^6$ は炭素数4以上のアルキル基又はアルケニル基を表わす。このようなアルキル基又はアルケニル基としては、例えば、一般式(1)の $R^1$ で挙げたアルキル基又はアルケニル基等が挙げられる。アルキル基又はアルケニル基としては、炭素数7～19のアルキル基又はアルケニル基が好ましく、炭素数9～17のアルキル基又はアルケニル基が更に好ましい。

【0025】 $A^4O$ はアキラルキレン基を表わす。アキラルキレン基としては、例えば、一般式(1)で挙げたアルキレン基が挙げられ、中でもアキエチレンが好ましい。また、dは2以上の数を表わし、2～20が好ましく、2～10が更に好ましく、3～7が最も好ましい。 $(A^4O)_d$ は、1種のアキラルキレン基からなるポリアキラルキレン基でもよいし、2種以上のアキラルキレン基の混合からなる混合ポリアキラルキレン基でもよい。 $(A^4O)_d$ が混合ポリアキラルキレン基である場合は、そのうちの1種はアキエチレンであることが好ましく、更に $(A^4O)_d$ で表わされる基の中のアキエチレン基の含有量が50質量%以上であることが更に好ましい。

【0026】一般式(4)で表わされる化合物は、 $R^6COOH$ で表わされる脂肪酸に、アンモニアを反応させて得られる脂肪酸アミド、脂肪酸にモノアルカノールアミンを反応させて得られる脂肪酸モノアルカノールアミド、又は脂肪酸にN-メチルアルカノールアミンを反応させて得られる脂肪酸N-メチルモノアルカノールアミド等にアルキレンオキサイドを反応させることにより得ることができる。 $R^6COOH$ で表わされる脂肪酸にアンモニアを反応させて脂肪酸アミドとする反応は、公知の方法を用いればよい。例えば、脂肪酸とアンモニアを反応させて得られる脂肪酸のアンモニウム塩を、反応温

度100~190℃で生成水を減圧下留去することにより脂肪酸アミドを得ることができる。

【0027】また、 $R^6COOH$ で表わされる脂肪酸と反応させるモノアルカノールアミン及びN-メチルモノアルカノールアミンとしては、例えば、一般式(3)で挙げたモノアルカノールアミン及びN-メチルモノアルカノールアミンを挙げることができる。 $R^6COOH$ で表わされる脂肪酸にモノアルカノールアミン又はN-メチルモノアルカノールアミンを反応させる方法は、公知の方法を用いればよい。例えば、脂肪酸とモノアルカノールアミン又はN-メチルモノアルカノールアミンを混合し、100~160℃の反応温度で反応させ、生成水を減圧下留去することにより脂肪酸モノアルカノールアミド又は脂肪酸N-メチルモノアルカノールアミドを得ることができる。

【0028】脂肪酸アミド、脂肪酸アルカノールアミド又は脂肪酸N-メチルアルカノールアミドにアルキレンオキシドを反応させる方法は公知の方法を用いればよい。例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属触媒の存在下、80~150℃の反応温度でアルキレンオキシドを反応させることにより一般式(4)で表わされる化合物を得ることができる。

【0029】以上で説明した、本発明の(A)成分である一般式(1)~(4)で表わされる砥粒分散剤は、アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物と比較して生分解性に優れているため、環境中に放出された後でも残留することが少ない。また、構造中にノニルフェニル基を持たないため、ノニルフェノールに由来する、いわゆるエンドクリン問題への懸念が解消される。従って、本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤が環境中に排出されたとしても、環境への悪影響が極めて少ない。

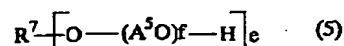
【0030】また、本発明の(A)成分である砥粒分散剤は、従来の砥粒分散剤より優れた砥粒分散安定性を有している。具体的には、砥粒が沈降しにくく、砥粒が沈降してしてもハードケーキ化せず砥粒の再分散が容易であり、しかも沈降した砥粒が2次凝集しにくいために、砥粒を再分散してそのまま使用しても、研磨物の表面に微細な傷が発生しにくいという利点である。

【0031】次に、本発明の(B)成分である潤滑性基油について説明する。本発明の(B)成分である潤滑性基油としては、公知の潤滑性基油が使用できる。こうした潤滑性基油としては、鉱油、合成油、油脂等が挙げられる。ここで、鉱油とは、天然の原油から分離、蒸留、精製されるものをいい、パラフィン系、ナフテン系、あるいはこれらを水素化処理、溶剤精製したもの等が挙げられる。これらのなかには、いわゆるスピンドル油、マシン油、タービン油、シリンダー油と称されている鉱油が含まれる。

【0032】パラフィン系又はナフテン系の鉱油としては、40℃動粘度が0.5~100mm<sup>2</sup>/s、好まし

くは1~60mm<sup>2</sup>/sのものが好ましい。40℃動粘度が0.5mm<sup>2</sup>/s以下の鉱油の場合は、加工能率や被加工物の表面粗さが悪化し、100mm<sup>2</sup>/sよりも高い場合は、加工後の被加工物の洗浄性が悪化することがある。また合成油とは、化学的に合成された潤滑油であって、ポリ- $\alpha$ -オレフィン、ポリイソブチレン(ポリブテン)、ジエステル、ポリオールエステル、リン酸エステル、ケイ酸エステル、ポリアリーールエーテル、ポリエーテル(ポリアルキレングリコールとも言う)、ポリフェニルエーテル、シリコーン、フッ素化合物、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン等である。また、油脂とは、例えば、牛脂、豚脂、ナタネ油、ヤシ油、パーム油、ヌカ油、大豆油あるいはこれらの水素添加物等が挙げられる。

【0033】なかでも好ましいのはパラフィン系若しくはナフテン系の鉱油、又は一般式(5)で表わされるポリエーテルである。



(式中、 $R^7$ はモノオール又はポリオールから水酸基を除いた残基を表わし、 $A^5O$ はオキシアルキレン基を表わし、 $f$ は2以上の数を表わし、 $e$ はモノオール又はポリオールの水酸基の数と同数である1以上の数を表わす。)

【0034】一般式(5)で表わされるポリエーテルにおいて、 $R^7$ はモノオール又はポリオールから水酸基を除いた残基を表わす。モノオールとしては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、2-プロパノール、ブタノール、2-ブタノール、2級ブタノール、ターシャリブタノール、ペンタノール、2-ペンタノール、2級ペンタノール、ネオペンチルアルコール、ターシャリペンチルアルコール、ヘキサノール、2級ヘキサノール、ヘプタノール、2級ヘプタノール、オクタノール、2-エチルヘキサノール、2級オクタノール、ノナノール、2級ノナノール、デカノール、2級デカノール、ウンデカノール、2級ウンデカノール、ドデカノール、2級ドデカノール、トリデカノール、イソトリデカノール、2級トリデカノール、テトラデカノール、2級テトラデカノール、ヘキサデカノール、2級ヘキサデカノール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、エイコサノール、ドコサノール、テトラコサノール、ヘキサコサノール、オクタコサノール、ミリスルアルコール、ラッセロール、テトラトリアコンタノール、2-ブチルオクタノール、2-ブチルデカノール、2-ヘキシルオクタノール、2-ヘキシルデカノール、2-オクチルデカノール、2-ヘキシルドデカノール、2-オクチルドデカノール、2-デシルテトラデカノール、2-ドデシルヘキサデカノール、2-ヘキサデシルオクタデカノール、2-テトラデシルオクタデカノール、シクロペンタノール、シクロヘキサノール、シクロヘプタ



ノール、メチルシクロペンタノール、メチルシクロヘキサノール、メチルシクロヘプタノール、ベンジルアルコール等のモノアルコール；フェノール、クレゾール、ジメチルフェノール、エチルフェノール、プロピルフェノール、ターシャリブチルフェノール、ペンチルフェノール、ヘキシルフェノール、ヘプチルフェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノール、ジノニルフェノール、デシルフェノール、ウンデシルフェノール、ドデシルフェノール、フェニルフェノール、ベンジルフェノール、スチレン化フェノール、p-クミルフェノール等のモノフェノール； $\alpha$ -ナフトール、 $\beta$ -ナフトール等のナフトールが挙げられる。

【0035】ポリオールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、ネオペンチルグリコール、イソプレングリコール（3-メチル-1, 3-ブタンジオール）、1, 2-ヘキサンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 2-オクタンジオール、オクタンジオール（2-エチル-1, 3-ヘキサンジオール）、2-ブチル-2-エチル-1, 3-プロパンジオール、1, 2-デカンジオール、1, 2-ドデカンジオール、1, 2-テトラデカンジオール、1, 2-ヘキサデカンジオール、1, 2-オクタデカンジオール、1, 12-オクタデカンジオール、1, 2-シクロヘキサンジオール、1, 4-シクロヘキサンジオール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、水素化ビスフェノールA、ソルバイド、メチルジエタノールアミン等の2価アルコール；グリセリン、1, 2, 3-ブタントリオール、1, 2, 4-ブタントリオール、2-メチル-1, 2, 3-プロパントリオール、1, 2, 3-ペンタントリオール、1, 2, 4-ペンタントリオール、1, 3, 5-ペンタントリオール、2, 3, 4-ペンタントリオール、2-メチル-2, 3, 4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、2, 3, 4-ヘキサントリオール、2-エチル-1, 2, 3-ブタントリオール、トリメチロールプロパン、4-プロピル-3, 4, 5-ヘプタントリオール、ペンタメチルグリセリン（2, 4-ジメチル-2, 3, 4-ペンタントリオール）、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン等の3価アルコール；ペンタエリスリトール、1, 2, 3, 4-ペンタンテトロール、2, 3, 4, 5-ヘキサントテトロール、1, 2, 4, 5-ペンタンテトロール、1, 3, 4, 5-ヘキサントテトロール、ジグリセリン、ジトリメチロールプロパン、ソルビタン、N, N, N', N'-テトラキス（2-ヒドロキシエチル）エチレンジアミン、N, N, N', N'-テトラキス（2-ヒドロキシプロピル）エチレンジアミン等4価アルコール；アドニトール、アラビトール、キシリトール、トリグリセリン等の5価アル

コール；ジペンタエリスリトール、ソルビトール、マンニトール、イジトール、イノシトール、ダルシトール、タロース、アロース等の6価アルコール；蔗糖等の8価アルコール等が挙げられる。

【0036】eは $R^7(OH)_e$ で表わされるモノオール又はポリオールの水酸基の数と同数である1以上の数を表わす。このようなモノオール又はポリオールの中でも、炭素数1~8のモノオール又は炭素数2~20のポリオールが好ましく、炭素数1~6の1価のアルコール又は炭素数2~12の2~4価アルコールが更に好ましい。

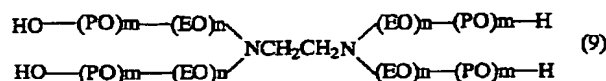
【0037】また、一般式（5）において、 $A^5O$ はオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、一般式（1）で挙げたオキシアルキレン基が挙げられ、なかでも炭素数2~4のオキシアルキレン基であることが好ましい。一般式（5）の $(A^5O)_x$ の部分は、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブチレンオキシド、テトラヒドロフラン（1, 4-ブチレンオキシド）、長鎖 $\alpha$ -オレフィンオキシド、スチレンオキシド等のアルキレンオキシド等を付加重合することにより得ることができる。付加させるアルキレンオキシド等の重合形態は特に限定されず、1種類のアルキレンオキシド等の単独重合、2種類以上のアルキレンオキシド等のランダム共重合、ブロック共重合又はランダム/ブロック共重合等であってよいが、ブロック共重合の方が、被加工物の加工精度が向上し好ましい。 $(A^5O)_x$ の部分が2種以上のオキシアルキレン基よりなる混合ポリオキシアルキレン基である場合は、1種はオキシエチレン基であることが好ましく、オキシエチレン基とオキシプロピレン基であることが更に好ましい。

【0038】 $(A^5O)_x$ の部分に含まれるオキシエチレン基の好ましい含有量の範囲は、 $(A^5O)_x$ の部分の重合形態により異なる。即ち、 $(A^5O)_x$ の部分がランダム共重合である場合には、 $(A^5O)_x$ の部分に含まれるオキシエチレン基の含有量は、好ましくは5~95モル%、より好ましくは20~80モル%、最も好ましくは40~75モル%である。また、 $(A^5O)_x$ の部分がブロック共重合である場合は、 $(A^5O)_x$ の部分に含まれるオキシエチレン基の含有量は、好ましくは5~70モル%、より好ましくは10~50モル%である。 $(A^5O)_x$ の部分がオキシエチレン基の含有量70モル%以上のブロック共重合である場合は、泡立ちが大きく作業性が低下することがある。

【0039】重合度fは2以上の数であり、一般式（5）で表わされるポリエーテル化合物の数平均分子量が、500~50,000、好ましくは700~20,000、更に好ましくは800~10,000となるような重合度fであることが好ましい。数平均分子量が500に満たない場合には、被加工物の加工精度が下がる場合があり、50,000を超える場合には、加工の際に周囲に飛び散って乾燥したラップ剤を洗浄しにくくな

る場合がある。

【0040】こうした、一般式(5)で表わされるポリエーテル化合物の中でも、被加工物の加工精度の点から、下記の一般式(6)～(9)で表わされるポリエーテル化合物が好ましい。



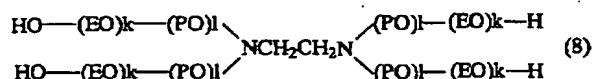
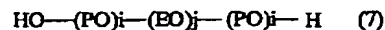
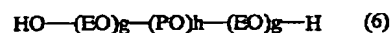
一般式(6)～(9)において、EOはオキシエチレン基を表わし、POはオキシプロピレン基を表わす。また、オキシエチレン基の重合度g、j、k及びn、又はオキシプロピレン基の重合度h、i、l及びmは、それぞれ1以上の数である。

【0041】重合度g、h、i、j、k、l、m及びnは、一般式(5)で表わされるポリエーテル化合物の場合と同様に、一般式(6)～(9)のポリエーテル化合物の数平均分子量が、500～50,000、好ましくは700～20,000、更に好ましくは800～10,000となるような重合度であることが好ましい。ポリオキシアルキレン鎖中のオキシエチレン基の含量が一般式(6)又は一般式(8)においては5～20モル%、一般式(7)又は一般式(9)においては5～50モル%であることが好ましい。

【0042】本発明の水系ラップ液は、上記(A)成分及び(B)成分に加えて、(C)成分である水を含有する。本発明の水系ラップ液において、(A)成分の含有量はラップ液全量に対して3～70質量%であることが好ましく、5～50質量%であることが更に好ましい。

(A)成分の含有量が3質量%未満の場合は、砥粒の分散性及び分散安定性が低下することがあり、70質量%を超える場合は、(B)成分の相対的な含有量が減り加工精度が低下することがあるためである。また、(B)成分の含有量はラップ液全量に対して10～50質量%であることが好ましく、15～40質量%であることが更に好ましい。(B)成分の含有量が10質量%未満の場合は、加工精度が低下することがあるためである。また、(C)成分の水の含有量は、ラップ液全量に対して10～80質量%であることが好ましく、15～50質量%であることが更に好ましい。(C)成分の水の含有量が10質量%未満の場合は、(A)成分と(B)成分が分離を起こすことがあり、80質量%を超える場合は、ラップ液という濃厚液の形態で供給する意義が薄れ、ラップ液の輸送、取り扱い、貯蔵場所等の問題が起こるためである。

【0043】本発明の水系ラップ液は、工具及び機械等の防錆のために、更に(D)成分として、防錆剤を含有することが好ましい。防錆剤としては有機カルボン酸塩、スルホン酸塩、酸性リン酸エステル塩、ホスホン酸塩、無機酸塩、多価アルコール部分エステル、カルボン酸アミド等が挙げられる。



【0044】有機カルボン酸塩を構成する有機カルボン酸としては、例えば、オクタン酸(カプリル酸)、デカン酸(カプリン酸)、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸(ペラルゴン酸)、イソノナン酸、ラウリン酸、イソデカン酸、ドデカン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ウンデセン酸、オレイン酸、リノール酸、アラキシン酸、12-ヒドロキシステアリン酸、リシノール酸等の脂肪族1塩基酸；マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、プラシル酸、アルケニルコハク酸等の脂肪族2塩基酸；サリチル酸、アルキルサリチル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ヘミメリット酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、ナフタレンカルボン酸等の芳香族カルボン酸；ダイマー酸、トリマー酸、ナフテン酸、9(又は10)-(4-ヒドロキシフェニル)オクタデカン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤又は防腐剤として作用するものもある。

【0045】スルホン酸塩を構成するスルホン酸としては、例えば、石油スルホン酸、アルキルベンゼンスルホン酸、α-オレフィンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として作用するものもある。酸性リン酸エステル塩を構成する酸性リン酸エステルとしては、オクタノールの(モノ又はジ)リン酸エステル、ラウリルアルコールの(モノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコールの(モノ又はジ)リン酸エステル、ブチルアルコールエトキシレートの(モノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコールエトキシレートの(モノ又はジ)リン酸エステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として作用するものもある。

【0046】ホスホン酸塩を構成するホスホン酸としては、例えば、アミノトリメチレンホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸等が挙げられる。また、無機酸としては(ポリ)リン酸、ケイ酸、ホウ酸等が挙げられる。

【0047】これらの酸と塩を形成する塩基成分としては、無機アルカリ、アミン等が挙げられる。無機アルカリとしては、例えば、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化セシウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ金属水酸化物又はアルカリ金属炭酸塩；水酸

化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム等のアルカリ土類金属水酸化物又はアルカリ土類金属酸化物等が挙げられる。

【0048】アミンとしては例えば、アンモニア；（モノ、ジ、又はトリ）メチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）エチルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）プロピルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）イソプロピルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）ブチルアミン、（モノ、ジ又はトリ）オクチルアミン、（モノ、ジ又はトリ）2-エチルヘキシルアミン、（モノ、ジ、又はトリ）デシルアミン、（モノ、又はジ）ドデシルアミン、（モノ、又はジ）トリデシルアミン、（モノ、又はジ）テトラデシルアミン、（モノ、又はジ）ヘキサデシルアミン、（モノ、又はジ）オクタデシルアミン、（モノ、又はジ）オレイルアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ヘキサメチレンジアミン、ピペラジン、1-（2-アミノエチル）ピペラジン、N-メチルピペラジン、シクロヘキシルアミン、ベンジルアミン、モルホリン等のアルキルアミン；（モノ、ジ、又はトリ）エタノールアミン、（モノ、ジ、又はトリ）イソプロパノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、N、N-ジメチルエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、N-ブチルジエタノールアミン、N-（β-アミノエチル）エタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、N、N、N'、N'-テトラキス（2-ヒドロキシエチル）エチレンジアミン、N、N、N'、N'-テトラキス（2-ヒドロキシプロピル）エチレンジアミン等のアルカノールアミン等が挙げられる。

【0049】また、多価アルコール部分エステルとしては、例えば、グリセリン（モノ、又はジ）ラウレート、グリセリン（モノ、又はジ）ミリステート、グリセリン（モノ、又はジ）パルミテート、グリセリン（モノ、又はジ）ステアレート、グリセリン（モノ、又はジ）オレート等のグリセリンエステル；ジグリセリン（モノ、ジ、又はトリ）ステアレート、ジグリセリン（モノ、ジ、又はトリ）オレート等のジグリセリンエステル；ソルビタンラウレート、ソルビタンミリステート、ソルビタンパルミテート、ソルビタンステアレート、ソルビタンオレート等のソルビタンエステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤又は油性剤として作用するものもある。

【0050】また、カルボン酸アミドとしては、例えば、アルケニルコハク酸アミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ミリスチン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、パルミチン酸モノエタノールアミド、パルミチン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤として作用するものもある。

【0051】こうした防錆剤の中でも、有機カルボン酸塩が好ましく、中でも脂肪族2塩基酸塩が好ましい。また、有機カルボン酸塩の有機カルボン酸と塩を形成する塩基成分としては、アルカノールアミンが好ましい。

（D）成分である防錆剤の含有量は、ラップ液全量に対して0.3～30質量%であることが好ましく、0.5～10質量%であることが更に好ましい。（D）成分である防錆剤の含有量が0.3質量%に満たない場合には、防錆効果が十分でない場合があり、30質量%を超える場合には、相対的に（A）成分や（B）成分の含有量が減少するので、加工精度が低下する場合がある。

【0052】本発明のラップ液においては、必要に応じて、増粘剤、乳化剤、消泡剤、溶剤、防腐剤、金属不活性化剤等を添加することができる。また、これらは、本発明のラップ液に砥粒を分散させてラップ剤とする段階で添加してもよい。増粘剤としては、例えば、キタンサンガム、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリピロリドン、ポリエチレンオキシド、水溶性ウレタン化合物等が挙げられる。乳化剤としては、例えば、長鎖アルコールエトキシレート、長鎖アルコールエトキシレート硫酸エステル塩、長鎖アルコール硫酸エステル塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が挙げられる。消泡剤としては、例えば、シリコン油、フルオロシリコン油等が挙げられる。

【0053】溶剤としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、グリセリン、ブチルセロソルブ、ブチルカルビトール、プロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、トリプロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル等が挙げられる。

【0054】防腐剤としては、例えば、2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、5-クロル-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オン、ベンズ-4-イソチアゾリン-3-オン、2-オクチル-4-イソチアゾリン-3-オン、デヒドロ酢酸、ピリジン-2-チオール-1-オキシド塩、N、N'、N''-トリス（2-ヒドロキシエチル）ヘキサヒドロ-S-トリアジン、2，2-ジブロム-2-ニトロトリエタノール、パラクロルメタクレゾール、2-ブロム-2-ニトロ-1，3-ジブロパンジオール、パラオキシ安息香酸エステル、塩化ベンザルコニウム、1，2-ジブロム-2，4-ジシアノブタンなどが挙げられる。金属不活性化剤としては、例えば、メルカプトベンゾチアゾール、ベンゾトリアゾール、トリルトリアゾール、ベンジイミダゾール等が挙げられる。

【0055】本発明の水系ラップ液は、濃厚液を水で希釈した後、砥粒を添加・分散させてラップ剤として、切断加工、研磨加工等を使用される。水による希釈倍率は、加工方法、加工条件、被加工物の種類、被加工物の形状等によって異なるが、5～150質量倍であることが好ましく、10～100質量倍が更に好ましい。水による希釈する倍率が、150質量倍を超える場合は、砥粒の分散安定性が低下することがあるためである。

【0056】本発明の水系ラップ剤に添加・分散させる砥粒（ラッピング用研磨剤）は、通常用いられているものであればよい。例えば、アルミナ、シリカ、酸化チタン、酸化鉄、エメリー、酸化クロム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化タングステン、炭化チタン、炭化ジルコニウム、炭化チタン、ダイヤモンド等が挙げられる。通常、粒径は、3～16 μm程度である。

【0057】本発明の水系ラップ液に添加する砥粒の量は、砥粒添加後の水系ラップ剤中の砥粒含有量が、水系ラップ剤全量に対して、10～60質量%であることが好ましい。砥粒の配合量が10質量%未満では、加工効率が低下することがあり、60質量%を超えると研磨剤の粘度が上昇し作業性が悪化すると共に砥粒の分散安定性が悪くなることがあるためである。

【0058】本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤は、従来、水系ラップ剤が用いられてきた加工分野、即ち、半導体、水晶、超硬工具、金属部品、ガラス、セラミックス等の脆性材料の切断加工の分野、又は、研磨加工の分野で使用することができる。切断加工の分野においては、外周刃による切断法、内周刃による切断法、ワイヤソーによる切断法、ブレードソーによる切断法等の様々な切断方法に使用できる。また、研磨加工においては、被加工物の形状は、ウェーハのような平面状のものだけでなく、レンズのような曲面状のものや、ギアや歯車のような複雑な形状をもつものの加工にも使用でき、表面の超精密な仕上げ加工であるポリッシング加工にも使用できる。

【0059】特に、半導体ウェーハの研磨加工においては、研磨加工後のウェーハの清浄性が求められることから、(B)成分としては一般式(5)で表わされるポリエーテル化合物が好ましく、中でも一般式(6)～

(9)で表わされるポリエーテル化合物が更に好ましい。こうした半導体ウェーハとしては、例えば、シリコン、ガリウムヒ素、ガリウムリン、インジウムリン等のウェーハが挙げられる。

#### 【0060】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。尚、以下の実施例中、部及び%は特に記載が無い限り質量基準である。また、以下の表中、「EO」はオキシエチレン基の、「PO」はオキシプロピレン基の略である。以下に示す化合物を用いて、表1に示す配合

比にて実施例1～11及び比較例1～10のラップ液を配合した。

#### 【0061】<A成分：砥粒分散剤>

(A-1) ラウリルアミンのエチレンオキシド4モル付加物

(A-2) 
$$\text{C}_{12}\text{H}_{25}-\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{EO})_2-\text{H} \\ \searrow (\text{EO})_2-\text{H} \end{array}$$
、3-プロピレンジアミンのエチレンオキシド12モル付加物

(A-3) 
$$\text{R}-\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{EO})_4-\text{H} \\ \searrow (\text{EO})_4-\text{H} \end{array}$$
、ラウリルアミンのプロピレンオキシド2モル、エチレンオキシド6モル付加物

(A-4) 
$$\text{C}_{12}\text{H}_{25}-\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{PO})(\text{EO})_3-\text{H} \\ \searrow (\text{PO})(\text{EO})_3-\text{H} \end{array}$$
、2-ヒドロキシステアラルアミンのエチレンオキシド18モル付加物

(A-5) 
$$\text{C}_{16}\text{H}_{33}-\text{CH}(\text{O}(\text{EO})_6-\text{H})\text{CH}_2-\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{EO})_6-\text{H} \\ \searrow (\text{EO})_6-\text{H} \end{array}$$
、ヤシ油脂脂肪酸アミドのエチレンオキシド6モル付加物

(A-6) 
$$\text{R}-\text{C}(=\text{O})-\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{EO})_6-\text{H} \\ \searrow \text{H} \end{array}$$

#### 【0062】<比較のための砥粒分散剤>

(A'-1) ポリオキシエチレン(8)ノニルフェニルエーテル

(A'-2) ポリオキシエチレン(7)C12～C14飽和合成2級アルキルエーテル

(A'-3) ポリオキシエチレン(8)C12～C14直鎖オキシアルキルエーテル

(A'-4) ポリオキシエチレン(8)ラウリルエーテル

(A'-5) ポリオキシエチレン(8)オレイルエーテル

(A'-6) グリセリンモノオレイン酸エステル

(A'-7) ヤシ油脂脂肪酸ジエタノールアミド

#### 【0063】<B成分：潤滑性基油>

(B-1)  $\text{HO}-(\text{EO})_{12}(\text{PO})_{30}(\text{EO})_{12}-\text{H}$

(B-2)  $\text{HO}-(\text{EO})_3(\text{PO})_{40}(\text{EO})_3-\text{H}$

(B-3)  $\text{HO}-(\text{PO})_{20}(\text{EO})_{20}(\text{PO})_{20}-\text{H}$

(B-4)

(B-5) 
$$\text{HO}-(\text{PO})_{14}-(\text{EO})_7-\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N} \begin{array}{l} \nearrow (\text{EO})_7-(\text{PO})_{14}-\text{H} \\ \searrow (\text{EO})_7-(\text{PO})_{14}-\text{H} \end{array}$$

(B-6) グリセリンのポリオキシエチレン/ポリオキシプロピレンランダム共重合付加物 (EO含有量55モ

ル%、数平均分子量2500)

(B-7) パラフィン系蒸留精製鉱油：40℃動粘度；

1. 7mm<sup>2</sup>/s、沸点；220～250℃

(B-8) パラフィン系溶剤精製鉱油：40℃動粘度；

32mm<sup>2</sup>/s

(B-9) ビス(ドデシル)ベンゼン

【0064】<C成分：水>

イオン交換水

<D成分：防錆剤>

(D-1) オレイン酸トリエタノールアミン塩

(D-2) ドデカン二酸N-シクロヘキシルジエタノールアミン塩

【0065】<その他の成分>

プロピレングリコール(溶剤)

【0066】

表1

	(A)	(B)	(C)水	(D)	溶剤
実施例	1 A-1(25)	B-1(15), B-2(10)	(33)	D-1(12)	(5)
	2 A-2(30)	B-2(25)	(28)	D-2(12)	(5)
	3 A-3(20)	B-3(20)	(43)	D-1(12)	(5)
	4 A-4(15)	B-2(5), B-3(15)	(48)	D-2(12)	(5)
	5 A-5(20)	B-4(25)	(38)	D-1(12)	(5)
	6 A-6(25)	B-4(20)	(38)	D-2(12)	(5)
	7 A-1(25)	B-5(25)	(33)	D-1(12)	(5)
	8 A-1(30)	B-6(20)	(33)	D-2(12)	(5)
	9 A-1(20), A-3(15)	B-7(25)	(23)	D-1(12)	(5)
	10 A-1(15), A-4(10)	B-8(15)	(33)	D-2(12)	(5)
	11 A-1(10), A-5(20)	B-9(20)	(33)	D-2(12)	(5)
比較例	1 A'-1(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	2 A'-2(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	3 A'-3(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	4 A'-4(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	5 A'-5(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	6 A'-6(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	7 A'-7(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	8 A'-1(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	9 A'-2(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	10 A'-6(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)

表中の( )内の数字は配合した量(質量%)である。

△：一部沈殿が残った。

×：ほとんど分散しなかった。

【0069】

【0067】(砥粒分散性評価試験) 上記表1に示すラップ液をイオン交換水にて50倍に希釈した液100mlを共栓付き100mlメスシリンダーに取り、アルミナ砥粒(フジミインコーポレーテッド製、F0#1200)を20g加えた。この共栓付きメスシリンダーを100回、上下に振盪して上記ラップ液に配合されたアルミナ砥粒を含む成分を分散、懸濁させてラップ剤とした。その後、メスシリンダーを静置し、沈降固相が最高高さに達するまでの時間により砥粒分散性を評価した。尚、砥粒分散性の評価判定は、以下の基準にて行った。

◎：静置後60分以上で沈降した。

○：静置後41～60分で沈降した。

△：静置後21～40分で沈降した。

×：静置後20分以内で沈降した。

【0068】(砥粒再分散性評価試験) 上記の砥粒分散性評価試験後のメスシリンダーを、更に24時間静置した。この後、メスシリンダーを10回、上下に倒置させ砥粒の再分散性を評価した。尚、砥粒再分散性の評価判定は、以下の基準にて行った。

○：砥粒が完全に再分散した。

表2

		砥粒分散性	砥粒再分散性
実 施 例	1	◎	○
	2	◎	○
	3	◎	○
	4	◎	○
	5	◎	○
	6	◎	△
	7	◎	○
	8	◎	○
	9	◎	○
	10	◎	○
	11	◎	○
比 較 例	1	◎	○
	2	△	×
	3	×	×
	4	×	×
	5	×	×
	6	×	×
	7	×	×
	8	◎	○
	9	△	×
	10	×	×

【0070】表2の結果から明らかなように、本発明のラップ剤は、ノニルフェノールエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例1及び比較例8）と同程度で、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～7、9及び10）よりも優れた性能を示している。

【0071】（切断加工試験）上記、砥粒分散性評価試験及び砥粒再分散性評価試験と同様の組成のラップ剤を使用し、マルチワイヤソーにて人工水晶（幅65mm、高さ20mm、長さ170mm）及びシリコン単結晶（直径102mm、長さ190mm）を以下の条件で切断（スライシング）した。結果を表3に示す。

<切断条件>

ワイヤの種類：SWPプラスメッキ

ワイヤ線径：0.16φmm

ワイヤ張力：1.5kg

ワイヤ本数：106本

ワイヤ繰出量：20m/min

ラップ剤温度：20℃

【0072】

表3

		人工水晶		シリコン単結晶	
		加工時間 (分)	平均加工速度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )	加工時間 (分)	平均加工速度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )
実 施 例	1	109	183	121	197
	2	111	180	118	202
	3	121	165	110	216
	4	121	165	130	183
	5	120	167	123	193
	6	124	161	119	200
	7	114	175	117	203
	8	115	174	116	205
	9	123	163	123	193
	10	118	169	121	197
	11	119	168	122	195
比 較 例	1	104	192	105	226
	2	151	132	240	99
	3	220	91	233	102
	4	237	84	251	95
	5	196	102	226	105
	6	189	106	208	114
	7	229	87.3	243	98
	8	102	196	115	207
	9	142	141	218	109
	10	178	112	262	91

【0073】表3の結果から明らかなように、本発明のラップ剤の加工時間（切断に要した時間）は、ノニルフェノールエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例1及び比較例8）と同程度で、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～7、9及び10）より

も短時間であり、本発明のラップ剤が優れた性能を有していることを示している。

【0074】（研磨加工試験）砥粒分散性評価試験及び砥粒再分散性評価試験と同様の組成のラップ剤のうち、実施例1～8及び比較例1～6のラップ剤を使用して、

直径102mmのシリコンウエーハについて研磨加工を行なった。尚、各ラップ液についてそれぞれ約200枚の研磨加工を行ない、研磨後のシリコンウエーハについて、擦り傷、割れ及びウエーハ表面の微小なクラックの発生率(%)を求めた。また、実施例1～8及び比較例

1～6のラップ剤を48時間静置し、沈降した砥粒を攪拌機を用いて再分散させたものについても同様に試験を行った。結果を表4に示す。

【0075】

表4

		不良品発生率(%)					
		配合直後			再分散後		
		擦り傷	割れ	微小表面クラック	擦り傷	割れ	微小表面クラック
実施例	1	0	0	0	0.5	0	0.5
	2	0	0	0	1	0	1
	3	0	0	0	0.5	0	0
	4	0	0	0	1	0	0.5
	5	1	0	0	1.5	0.5	1
	6	0.5	0	0	0.5	0	0
	7	0.5	0	0	1.5	0	0.5
	8	0.5	0	0	0.5	0	0
比較例	1	1	1	2	8	3.5	7.5
	2	5	3	7	12	8	14.5
	3	8.5	5.5	9.5	20	16	21.5
	4	3.5	3.5	4	8	7.5	9.5
	5	8	4.5	10	19	6.5	22.5
	6	2.5	1.5	2	14.5	2.5	15.5
	7	4	2.5	2	18.5	3.5	13.5

【0076】表4の結果から、ノニルフェノールエトキシシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤(比較例1)では、配合直後の不良品発生率は少ないが、再分散後では増加しており、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤(比較例2～7)では、配合直後から不良品発生率が多く、再分散後では更に増加している。これに対し、本発明のラップ剤の不良品発生率は、配合直後だけでなく再分散後においても少ない。このことは、本発明のラップ剤が研磨性能及び砥粒の再分散性能に優れていることを示している。

【0077】<生分解性試験>JIS-K0102(工場排水試験方法)の生物化学的酸素消費量(BOD)測定方法に準拠し、(A)成分である砥粒分散剤0.1重量%水溶液についてBODを測定した。但し、JIS-K0102に定められた放置日数は5日間であるが、本試験では放置日数を21日間とした。結果を表5に示す。

【0078】

表5

砥粒分散剤	14日後のBOD (mg O/L)
A-1	780
A-2	820
A-3	670
A-4	810
A-5	880
A'-1	8
A'-2	770
A'-5	890
A'-6	880

【0079】表5の結果から明らかなように、本発明の(A)成分であるA-1～A-5のBODは、A'-1よりも高く、A'-2、A'-5、A'-6と同程度である。これは、A'-1(ノニルフェノールエトキシレート)がほとんど生分解されないのに対し、A-1～A-5が、生分解されやすいことを示している。

【0080】

【発明の効果】本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤は、優れた砥粒分散性、研磨加工性及び沈降した砥粒再分散性を有しており、アルキルフェノール系の化合物を使用していないため、化学物質が生物の内分泌系を攪乱するというエンドクリン問題の懸念がない。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C 1 0 M 105/62		C 1 0 M 105/62	
107/34		107/34	
107/44		107/44	
125/02		125/02	
125/08		125/08	
125/10		125/10	
125/26		125/26	
133/08		133/08	
149/12		149/12	
173/00		173/00	
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D
// C 1 0 N 10:06		C 1 0 N 10:06	
10:08		10:08	
10:12		10:12	
10:16		10:16	
20:06		20:06	Z
30:04		30:04	
30:12		30:12	
40:00		40:00	Z
40:22		40:22	

F ターム (参考) 3C047 FF08 GG15  
 3C058 AA07 AC04 CB01 CB03 DA17  
 4H104 AA01Z AA04C AA12C AA13C  
 AA22C AA26C BB43A BB44A  
 BE04A BE04C CB14A CE19A  
 CE19C DA02A EA08C EB10  
 FA03 FA04 FA05 FA08 LA02  
 LA06 PA22 QA01 RA01